FUNDAMENTOS DE Química Analítica

Tradução da 8ª edição norte-americana

Skoog • West • Holler • Crouch

SUMÁRIO RESUMIDO

SUMÁRIO

PREFÁCIO

Fundamentos de Química Analítica é um livro-texto planejado primeiramente para uma disciplina do curso de Química de um ou dois semestres. Esta edição traz muitas aplicações em biologia, medicina, ciência dos materiais, ecologia, ciência forense e outras áreas correlatas. O uso generalizado de computadores com propósitos educacionais nos levou a incorporar muitas aplicações de planilhas eletrônicas, exemplos e exercícios. Há, também, inúmeros tópicos atuais, como espectrometria de absorção atômica e de massas, fracionamento por campo e fluxo e cromatografia quiral. Revisamos inúmeros tratamentos desatualizados para incorporar instrumentação e técnicas modernas. Reconhecemos que as disciplinas de química analítica variam de instituição para instituição, que dependem da infra-estrutura disponível, do tempo dedicado à química analítica no currículo de química e da iniciativa dos professores. Portanto, planejamos esta edição de ***Fundamentos de Química Analítica*** de maneira que os professores possam utilizar o conteúdo para suprir suas necessidades e para que os estudantes possam encontrar materiais em diferentes níveis, em descrições, ilustrações e em destaques motivadores.

Objetivos

Nosso objetivo principal neste livro é fornecer um fundamento completo dos princípios da química que são particularmente importantes para a química analítica. Em segundo lugar, queremos que os estudantes desenvolvam um apreço pela difícil tarefa de julgar a exatidão e a precisão de dados experimentais e de mostrar como esses julgamentos podem ser aprimorados pela aplicação de métodos estatísticos. Nosso terceiro propósito é introduzir uma ampla gama de técnicas que sejam úteis na química analítica moderna. Mais do que isso, nossa esperança é que com o auxílio deste livro os estudantes possam desenvolver as habilidades necessárias para resolver problemas analíticos quantitativos, particularmente com a ajuda de planilhas eletrônicas, que são atualmente acessíveis. Finalmente, pretendemos transmitir alguns conhecimentos laboratoriais que darão aos estudantes confiança em sua habilidade de obter dados analíticos de alta qualidade.

Abrangência e Organização

O material deste livro abrange tanto os aspectos fundamentais quanto os práticos da análise química. Dessa forma, os leitores poderão observar que organizamos esta edição de uma maneira diferente. Particularmente, dispomos os capítulos em partes que agrupam tópicos correlatos. Existem sete partes principais que sucedem a breve introdução do Capítulo 1.

- A **Parte I** cobre as ferramentas da química analítica e engloba sete capítulos. O Capítulo 2 discute os produtos químicos e os equipamentos utilizados no laboratório de analítica, incluindo muitas fotografias de operações analíticas. O Capítulo 3, intitulado "Utilização de Planilhas de Cálculo em Química Analítica", corresponde a uma introdução tutorial ao uso de planilhas eletrônicas em química analítica. O Capítulo 4 revisa os cálculos básicos da química analítica, incluindo expressões de concentração e relações estequiométricas. Os Capítulos 5, 6 e 7 apresentam os tópicos em estatística e a análise de dados, que são importantes na química analítica e incorporam o uso extensivo de cálculos com planilhas eletrônicas. A Análise de Variância, ANOVA, é o novo tópico incluído no Capítulo 7. O Capítulo 8, denominado "Amostragem, Padronização e Calibração", além de consolidar a cobertura de tópicos, como amostragem, manuseio de amostras, padrões internos e externos e adição de padrão, inclui uma nova cobertura sobre calibração e padronização.
- A **Parte II** apresenta os princípios e aplicações de sistemas em equilíbrio químico na análise quantitativa. O Capítulo 9 abrange os fundamentos dos equilíbrios químicos. O Capítulo 10 discute os efeitos de eletrólitos em sistemas em equilíbrio. Uma abordagem sistemática para resolver problemas de equilíbrio em sistemas complexos é o assunto do Capítulo 11.

- A **Parte III** contempla vários capítulos que tratam da química analítica gravimétrica e volumétrica clássica. O Capítulo 12 envolve a análise gravimétrica. Nos Capítulos 13 a 17 consideramos a teoria e a prática dos métodos titulométricos de análise, incluindo as titulações ácido-base, as titulações de precipitação e as titulações complexométricas. Nesses capítulos, a abordagem sistemática no estudo do equilíbrio e do uso de planilhas eletrônicas nos cálculos é muito útil.
- A **Parte IV** é dedicada aos métodos eletroquímicos. Após uma introdução à eletroquímica, no Capítulo 18, o Capítulo 19 descreve os inúmeros empregos dos potenciais de eletrodo. As titulações de oxidação/redução são o tema do Capítulo 20, enquanto o Capítulo 21 apresenta o uso de métodos potenciométricos na obtenção de concentrações de espécies moleculares e iônicas. O Capítulo 22 considera os métodos eletrolíticos quantitativos, como eletrogravimetria e coulometria, ao passo que o Capítulo 23 discute os métodos voltamétricos, incluindo voltametria de varredura linear e voltametria cíclica, voltametria de redissolução anódica e polarografia.
- A **Parte V** contempla os métodos espectroscópicos de análise. Um material básico sobre a natureza da luz e sua interação com a matéria é apresentado no Capítulo 24. Instrumentos espectroscópicos e seus componentes são descritos no Capítulo 25. As várias aplicações dos métodos espectrométricos de absorção molecular são mostradas com algum detalhe no Capítulo 26, enquanto o Capítulo 27 é dedicado à espectroscopia de fluorescência molecular. O Capítulo 28 discute os vários métodos espectrométricos atômicos, incluindo espectrometria de massa atômica, espectrometria de emissão em plasma e espectroscopia de absorção atômica.
- A **Parte VI** engloba cinco capítulos que tratam de cinética e separações analíticas. Os métodos cinéticos de análises são abordados no Capítulo 29. O Capítulo 30 introduz as separações analíticas, incluindo os vários métodos cromatográficos. O Capítulo 31 discute a cromatografia gasosa, ao passo que a cromatografia líquida de alta eficiência é apresentada no Capítulo 32. O capítulo final dessa seção, Capítulo 33, chamado "Outros Métodos de Separação", inclui uma abordagem da cromatografia em fluido supercrítico, eletroforese capilar e fracionamento por campo e fluxo.
- A **Parte VII** final consiste em quatro capítulos que tratam dos aspectos práticos da química analítica. As amostras reais são consideradas e comparadas com amostras ideais no Capítulo 34. Os métodos de preparo de amostras são discutidos no Capítulo 35, enquanto as técnicas de decomposição e dissolução de amostras são abordadas no Capítulo 36. O Capítulo 37 fornece procedimentos detalhados para 57 experimentos de laboratório, abordando muitos dos princípios e aplicações discutidos nos capítulos anteriores. Este capítulo estará disponível apenas na forma de um arquivo PDF do Adobe Acrobat® na página do livro, em nosso *site* ***http://cengage.com.br***.[1]

Flexibilidade

Como o livro é dividido em partes, é possível ter uma boa flexibilidade na utilização do material. Muitas dessas partes podem ser consideradas de forma independente ou ainda abordadas em uma ordem diferente. Por exemplo, alguns professores podem querer cobrir os métodos espectroscópicos anteriormente aos métodos eletroquímicos ou ainda os métodos de separação antes dos espectroscópicos.

Importante

Esta edição incorpora muitos destaques e métodos que pretendem aumentar a experiência de aprendizagem do estudante e que fornecem uma ferramenta versátil para o instrutor.

Nível Matemático. Geralmente, os princípios da análise química desenvolvidos aqui são baseados em álgebra de nível universitário. Alguns dos conceitos apresentados requerem cálculo diferencial e integral básico.

Exemplos. Um grande número de exemplos serve de ajuda na compreensão dos conceitos em química analítica. Mantivemos a prática de incluir unidades nos cálculos e usar o método de análise dimensional para verificar sua exatidão. Os exemplos também são modelos para a resolução de problemas encontrados ao final da maioria dos capítulos. Muitos deles utilizam cálculos com planilhas eletrônicas, como descrito a seguir.

Novo! Cálculos com Planilhas Eletrônicas. Em todo o livro introduzimos planilhas para a resolução de problemas, análises gráficas e inúmeras outras aplicações. O Microsoft® Excel[2] foi adotado como referência para esses

[1] NE: Os *links* apresentados nesta edição são referenciais, não sendo de responsabilidade da Editora sua atualização ou eventual alteração. Os demais materiais complementares também estão disponibilizados, em inglês, neste *site*.

[2] NRT: Sempre que possível, empregou-se, neste livro, as funções e os comandos do Excel em sua versão para o português.

cálculos, mas os professores podem adaptar os problemas rapidamente para outros programas. Vários capítulos contêm discussões tutoriais sobre como introduzir os valores, as fórmulas e sobre como estruturar as funções. Tentamos documentar cada planilha individualmente com as fórmulas e os dados de entrada.

Questões e Problemas. Um amplo conjunto de questões e problemas foi incluído ao final da maioria dos capítulos. As respostas para aproximadamente metade dos problemas são fornecidas no final do livro. Muitos dos problemas são solucionados com a utilização de planilhas eletrônicas. Esses problemas são identificados por um ícone de uma planilha colocado à margem deles.

Novo! **Problemas Desafiadores**. A maior parte dos capítulos apresenta um problema desafiador ao final das questões e problemas habituais. Esses problemas têm a intenção de ser abertos, do tipo encontrado em pesquisa, sendo mais instigantes que o normal. Podem consistir em múltiplas etapas, envolvendo ainda pesquisa na literatura ou em *sites* para mais informações. Esperamos que esses problemas desafiadores estimulem discussões, estendendo os tópicos dos capítulos para novas áreas. Encorajamos os professores a utilizá-los de forma inovadora, como projetos em grupo, estudos dirigidos e discussões de estudo de casos.

Destaques. Uma série de Destaques presentes em quadros assinalados é encontrada em todo o livro. Esses textos contêm aplicações interessantes da química analítica no mundo moderno, derivação de equações, explicações sobre os aspectos teóricos mais difíceis ou ainda notas históricas. Os exemplos incluem o Bafômetro (Capítulo 7), Antioxidantes (Capítulo 20), Espectroscopia com Transformada de Fourier (Capítulo 25), CL-MS e CL-MS-MS (Capítulo 32) e Eletroforese Capilar no Seqüenciamento de DNA (Capítulo 33).

Ilustrações e Fotos. Acreditamos que fotografias, desenhos, ilustrações e outros tipos de recursos visuais auxiliem enormemente o processo de aprendizagem. Assim sendo, incluímos um material visual novo e atualizado para auxiliar o estudante. As fotografias foram tiradas exclusivamente para este livro pelo renomado fotógrafo químico Charles Winters, com o objetivo de ilustrar conceitos, equipamentos e procedimentos que são difíceis de ser representados por desenhos.

Legendas Amplas de Figuras. Quando conveniente, tentamos fazer as legendas das figuras bastante descritivas para que sua leitura represente um segundo nível de explanação para muitos dos conceitos. Em alguns casos, as figuras falam por si próprias, como aquelas publicadas na revista *Scientific American*.

Novo! **Entrevistas**. Cada parte se inicia com uma entrevista de um cientista analítico de destaque: Dick Zare (Stanford University), Sylvia Daunert (University of Kentucky), Larry Faulkner (University of Texas), Allen Bard (University of Texas), Gary Hieftje (Indiana University), Isiah Warner (Louisiana State University) e Julie Leary (University of California, em Berkeley). As entrevistas são compostas por seções de perguntas e respostas informais planejadas para dar informações acerca dos cientistas e de suas formações, os motivos pelos quais optaram pela química analítica, suas idéias sobre a importância do campo, suas áreas de pesquisa e outros assuntos interessantes. Espera-se que essas entrevistas aumentem o interesse nos assuntos, personalizando alguns dos temas abordados.

Novo! **Exercícios na *Web***. Ao final da maioria dos capítulos incluímos um breve trabalho de pesquisa pela *Web*. Nesse ponto, solicitamos ao estudante que colete informações na *Web*, visitando *sites* de fabricantes de equipamentos ou resolvendo problemas analíticos. Esses exercícios de pesquisa pela *Web* e os *links* apresentados foram concebidos para estimular o interesse do estudante em explorar as informações disponíveis na rede mundial de computadores.[3]

Glossário. O Glossário no fim do livro define os termos, as frases, as técnicas e as operações mais importantes aqui utilizadas. Tem por objetivo dar aos estudantes um acesso rápido aos significados, sem a necessidade de pesquisa no livro-texto.

Apêndices. Os Apêndices incluem um guia atualizado para a literatura em química analítica, tabelas de constantes químicas, potenciais de eletrodo e compostos químicos recomendados para a preparação de materiais padrões; seções sobre uso de logaritmos e notação exponencial e sobre normalidade e equivalente (termos que não são empregados no livro); e a derivação de equações de propagação de erros. As últimas páginas do caderno colorido contêm um quadro dos indicadores químicos, uma tabela de massas molares de compostos de especial interesse em química analítica, uma tabela internacional de massas atômicas e uma tabela periódica.

Mudanças Nesta Edição

Os leitores poderão observar que esta edição traz inúmeras alterações no seu conteúdo, bem como no seu estilo e formato.

Conteúdo. Várias modificações foram feitas para fortalecer o livro.

- Novas e excitantes aberturas no início dos capítulos fornecem um exemplo relevante de um dos tópicos apresentados. Os exemplos incluem estalagmites e estalactites como ilustrações de um processo em equilíbrio (Capítulo 9), os efeitos da chuva ácida (Capítulo 16) e as propriedades de redução/oxidação da clorofila (Capítulo 19).
- Muitos capítulos foram reforçados pela inclusão de exemplos com planilhas, aplicações e problemas. O Capítulo 3 apresenta um tutorial na construção e uso de planilhas eletrônicas.
- Os capítulos sobre estatística (Capítulos 5-7) foram atualizados e colocados em conformidade com a terminologia da estatística moderna. A Análise de Variância (ANOVA) foi incluída no Capítulo 7. A ANOVA é fácil de ser executada com planilhas eletrônicas modernas, além de ser muito útil na resolução de problemas analíticos.
- O Capítulo 8 consolida o material sobre a amostragem e integra outro sobre a calibração e a padronização. Os métodos, como padrões externos, padrões internos e adição de padrão, complementam este capítulo e suas vantagens e desvantagens são discutidas.
- O capítulo sobre titulação de precipitação foi eliminado e parte do material foi incluída no Capítulo 13, referente a métodos titulométricos.
- Os Capítulos 18, 19, 20 e 21, sobre células eletroquímicas e potenciais de célula, foram extensivamente revisados para elucidar a discussão e introduzir a energia livre dos processos de célula. O Capítulo 23 foi alterado para diminuir a ênfase em polarografia clássica. Atualmente, inclui uma discussão sobre a voltametria cíclica.
- O Capítulo 28 desta edição trata da espectrometria de massas atômicas, incluindo espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado. A fotometria de chama foi menos enfatizada.
- Na Parte VI, o Capítulo 30 é agora uma introdução geral às separações. Inclui extração com solvente e métodos de precipitação, uma introdução à cromatografia e uma nova seção sobre extração em fase sólida. O Capítulo 31 contém um novo material sobre espectrometria de massas moleculares e cromatografia gasosa-espectrometria de massas. O Capítulo 32 compreende novas seções sobre cromatografia de afinidade e cromatografia quiral. Uma seção sobre CL-EM foi incluída. O Capítulo 33, intitulado “Outros Métodos de Separação”, também foi acrescentado. Ele introduz a eletroforese capilar e o fracionamento por campo e fluxo.
- **Estilo e Formato**. Para tornar o texto mais legível e agradável ao estudante, continuamos a modificar o estilo e o formato.
- Tentamos utilizar sentenças mais curtas, voz mais ativa e um estilo de redação mais coloquial em cada capítulo.
- As legendas mais descritivas de figuras são empregadas, quando apropriadas, para permitir ao estudante a compreensão da figura e de seu significado sem a necessidade de alternância entre o texto e a legenda.
- Os modelos moleculares são abundantemente utilizados na maioria dos capítulos para estimular o interesse pela beleza das estruturas moleculares e para reforçar os conceitos estruturais e a química descritiva apresentada na química geral e em disciplinas mais avançadas.
- As fotografias, tiradas especificamente para este texto, são utilizadas quando apropriadas, para ilustrar técnicas, aparelhos e operações importantes.
- As notas escritas nas margens são amplamente usadas para enfatizar os conceitos discutidos recentemente ou para reforçar as informações relevantes.

NT: Acrônimos e siglas foram utilizados, neste texto, procurando-se respeitar a forma como têm sido empregados pela comunidade química brasileira. As siglas foram traduzidas nos casos em que já existem normas ou consenso quanto ao seu uso em nossa língua. Nos demais casos, foram mantidos os termos originais em inglês.

AGRADECIMENTOS

Gostaríamos de agradecer os comentários e sugestões de muitos colaboradores que criticaram a redação da edição anterior ou que avaliaram esta obra em diversos estágios.

Joseph Aldstadt
University of Wisconsin, Milwaukee
Stephen Brown
University of Delaware
James Burlitch
Cornell University
Michael DeGrandpre
University of Montana
Simon Garrett
Michigan State University
Carol Lasko
Humboldt State University
Tingyu Li
Vanderbilt University
Joseph Maloy
Seton Hall University
Howard Lee McLean
Rose-Hulman Institute of Technology
Frederick Northrup
Northwestern University
Peter Palmer
San Francisco State University
Reginald Penner
University of California, Irvine
Jeanette Rice
Georgia Southern University
Alexander Scheeline
University of Illinois, Urbana-Champaign
James Schenk
Washington State University
Maria Schroeder
United States Naval Academy
Manuel Soriaga
Texas A&M University
Keith Stevenson
University of Texas
Larry Taylor
Virginia Technical Institute
Robert Thompson
Oberlin College
Richard Vachet
University of Massachusetts
Joseph Wang
New Mexico University

Em especial, agradecemos a atenção do Professor David Zellmer, da California State University, em Fresno, que revisou vários capítulos e examinou com rigor todo o manuscrito. Além disso, agradecemos os comentários e as sugestões do Professor Gary Kinsel, da University of Texas, em Arlington, e do Professor Scott Van Bramer, da Widener University, que verificou todas as resoluções dos problemas, e ao Professor Bill Vining, da University of Massachusetts, e tivemos a felicidade de ter trabalhado com Charles D. Winters, que contribuiu com muitas das novas fotos do texto e do encarte colorido.

Nossa equipe de redação contou com os serviços de uma bibliotecária eficiente, Srta. Maggie Johnson. Ela nos auxiliou de várias maneiras na produção deste livro, incluindo a verificação de referências, realizando buscas na literatura e fornecendo informações básicas para muitos dos Destaques. Agradecemos sua competência, entusiasmo e bom humor.

Somos gratos a muitas pessoas, incluindo o editor sênior de Desenvolvimento Sandi Kiselica, que realizou um excelente trabalho na organização deste projeto, mantendo a sua continuidade e fazendo comentários e sugestões muito importantes. Bonnie Boehme, da Nesbitt Graphics, é simplesmente o melhor editor que tivemos. Seu olhar aguçado e sua perfeita habilidade editorial muito contribuíram para a qualidade do texto. Alyssa White realizou um trabalho excelente coordenando os materiais de apoio e Jane Sanders, nossa pesquisadora fotográfica, mostrou estilo e bom humor ao lidar com as várias tarefas associadas com a aquisição de inúmeras fotos para o livro.

Douglas A. Skoog
Donald M. West
F. James Holler
Stanley R. Crouch

CAPÍTULO 1

A Natureza da Química Analítica

A química analítica é uma ciência de medição que consiste em um conjunto de idéias e métodos poderosos que são úteis em todos os campos da ciência e medicina.

Um fato excitante que ilustra o potencial e a relevância da química analítica ocorreu em 4 de julho de 1997, quando a nave espacial *Pathfinder* quicou várias vezes até estacionar no *Ares Vallis*, em Marte, e liberou o robô *Sojourner* de seu corpo tetraédrico para a superfície marciana. O mundo ficou fascinado pela missão *Pathfinder*. Como resultado, inúmeros *sites* que acompanhavam a missão ficaram congestionados pelos milhões de navegadores da rede mundial de computadores que monitoravam com atenção os progressos do minúsculo jipe *Sojourner* em sua busca por informações relacionadas com a natureza do planeta vermelho. O experimento-chave do *Sojourner* utilizou o APXS, ou espectrômetro de raios X por prótons alfa, que combina três técnicas instrumentais avançadas, a espectroscopia retrodispersiva de Rutherford, espectroscopia de emissão de prótons e fluorescência de raios X. Os dados de APXS foram coletados pela *Pathfinder* e transmitidos para a Terra para análise posterior, visando determinar a identidade e concentração da maioria dos elementos da tabela periódica.[1] A determinação da composição elementar das rochas marcianas permitiu que geólogos as identificassem e comparassem com rochas terrestres. A missão *Pathfinder* é um exemplo excelente que ilustra uma aplicação da química analítica a problemas práticos. Os experimentos realizados pela nave espacial e os dados gerados pela missão também ilustram como a química analítica recorre à ciência e à tecnologia por meio de disciplinas amplamente diversificadas, como a física nuclear e a química, para identificar e determinar as quantidades relativas das substâncias em amostras de matéria.

O exemplo da *Pathfinder* demonstra que ambas as informações quantitativas e qualitativas são requeridas em uma análise. A **análise qualitativa** estabelece a identidade química das espécies presentes em uma amostra. A **análise quantitativa** determina as quantidades relativas das espécies, ou **analitos**, em termos numéricos. Os dados do espectrômetro APXS do *Sojourner* contêm ambos os tipos de informação. Observe que a separação química dos vários elementos contidos nas rochas foi desnecessária no experimento de APXS. Freqüentemente, uma etapa de separação é parte necessária do processo analítico. Como veremos, a análise qualitativa é muitas vezes uma parte integral da etapa de separação e a determinação da identidade dos analitos

> A **análise qualitativa** revela a *identidade* dos elementos e compostos de uma amostra.

> A **análise quantitativa** indica a *quantidade* de cada substância presente em uma amostra.

> Os **analitos** são os componentes de uma amostra a ser determinados.

---

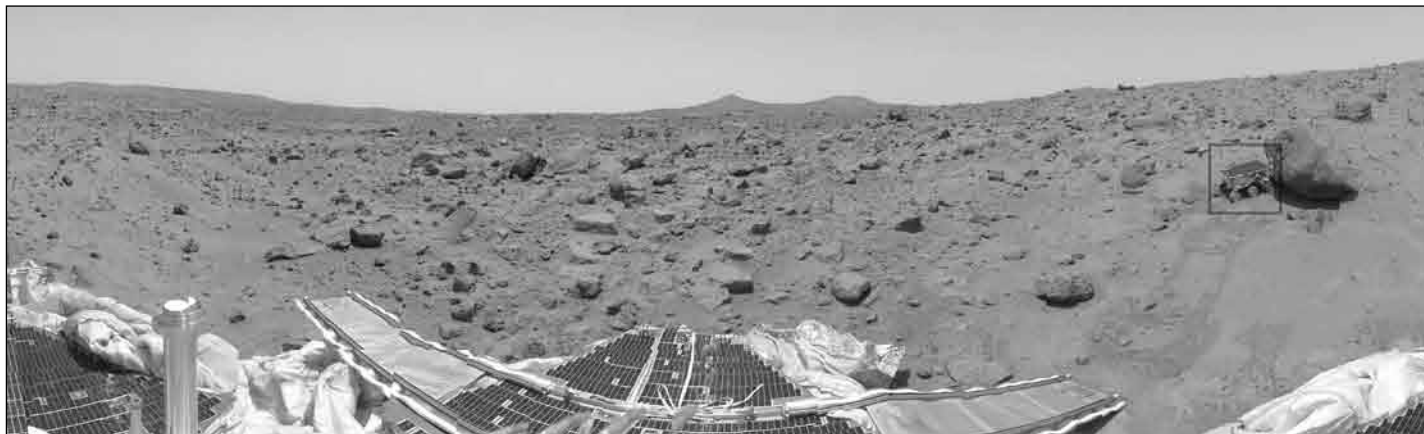
[1]Para informações detalhadas sobre a instrumentação APXS contida no *Sojourner*, vá ao endereço *http://www.cengage.com.br*. Acesse a página do livro e, no item **material suplementar para estudantes**, localize a seção Capítulo 1 e encontre os *links* para a descrição geral do pacote de instrumentos do *Sojourner*, um artigo que descreve em detalhes a operação do instrumento APXS e os resultados das análises elementares de várias rochas marcianas.

constitui-se em um auxílio essencial para a análise quantitativa. Neste livro, vamos explorar os métodos quantitativos de análise, os métodos de separação e os princípios que regem suas operações.

1A O PAPEL DA QUÍMICA ANALÍTICA

A química analítica é empregada na indústria, na medicina e em todas as outras ciências. Considere alguns exemplos. As concentrações de oxigênio e de dióxido de carbono são determinadas em milhões de amostras de sangue diariamente e usadas para diagnosticar e tratar doenças. As quantidades de hidrocarbonetos, óxidos de nitrogênio e monóxido de carbono presentes nos gases de descarga veiculares são determinadas para se avaliar a eficiência dos dispositivos de controle da poluição do ar. As medidas quantitativas de cálcio iônico no soro sangüíneo ajudam no diagnóstico de doenças da tireóide em seres humanos. A determinação quantitativa de nitrogênio em alimentos indica o seu valor protéico e, desta forma, o seu valor nutricional. A análise do aço durante sua produção permite o ajuste nas concentrações de elementos, como o carbono, níquel e cromo, para que se possa atingir a resistência física, a dureza, a resistência à corrosão e a flexibilidade desejadas. O teor de mercaptanas no gás de cozinha deve ser monitorado com freqüência, para garantir que este tenha um odor ruim a fim de alertar a ocorrência de vazamentos. Os fazendeiros planejam a programação da fertilização e a irrigação para satisfazer as necessidades das plantas, durante a estação de crescimento, que são avaliadas a partir de análises quantitativas nas plantas e nos solos nos quais elas crescem.

As medidas analíticas quantitativas também desempenham um papel fundamental em muitas áreas de pesquisa na química, bioquímica, biologia, geologia, física e outras áreas da ciência. Por exemplo, determinações quantitativas dos íons potássio, cálcio e sódio em fluidos biológicos de animais permitem aos fisiologistas estudar o papel desses íons na condução de sinais nervosos, assim como na contração e no relaxamento muscular. Os químicos solucionam os mecanismos de reações químicas por meio de estudos da velocidade de reação. A velocidade de consumo de reagentes ou de formação de produtos, em uma reação química, pode ser calculada a partir de medidas quantitativas feitas em intervalos de tempo iguais. Os cientistas de materiais confiam muito nas análises quantitativas de germânio e silício cristalinos em seus estudos sobre dispositivos semicondutores. As impurezas presentes nesses dispositivos estão na faixa de concentração de 1×10^{-6} a 1×10^{-9}%. Os arqueólogos identificam a fonte de vidros vulcânicos (obsidiana) pelas medidas de concentração de elementos minoritários em amostras de vários locais. Esse conhecimento torna possível rastrear as rotas de comércio pré-históricas de ferramentas e armas confeccionadas a partir da obsidiana.

Muitos químicos, bioquímicos e químicos medicinais despendem bastante tempo no laboratório reunindo informações quantitativas sobre sistemas que são importantes e interessantes para eles. O papel central da química analítica nessa área do conhecimento, assim como em outras, está ilustrado na Figura 1-1. Todos os ramos da química baseiam-se nas idéias e nas técnicas da química analítica. A química analítica tem uma

função similar em relação a muitas outras áreas do conhecimento listadas no diagrama. A química é freqüentemente denominada *a ciência central*; sua posição superior central e a posição central da química analítica na figura enfatizam essa importância. A natureza interdisciplinar da análise química a torna uma ferramenta vital em laboratórios médicos, industriais, governamentais e acadêmicos em todo o mundo.

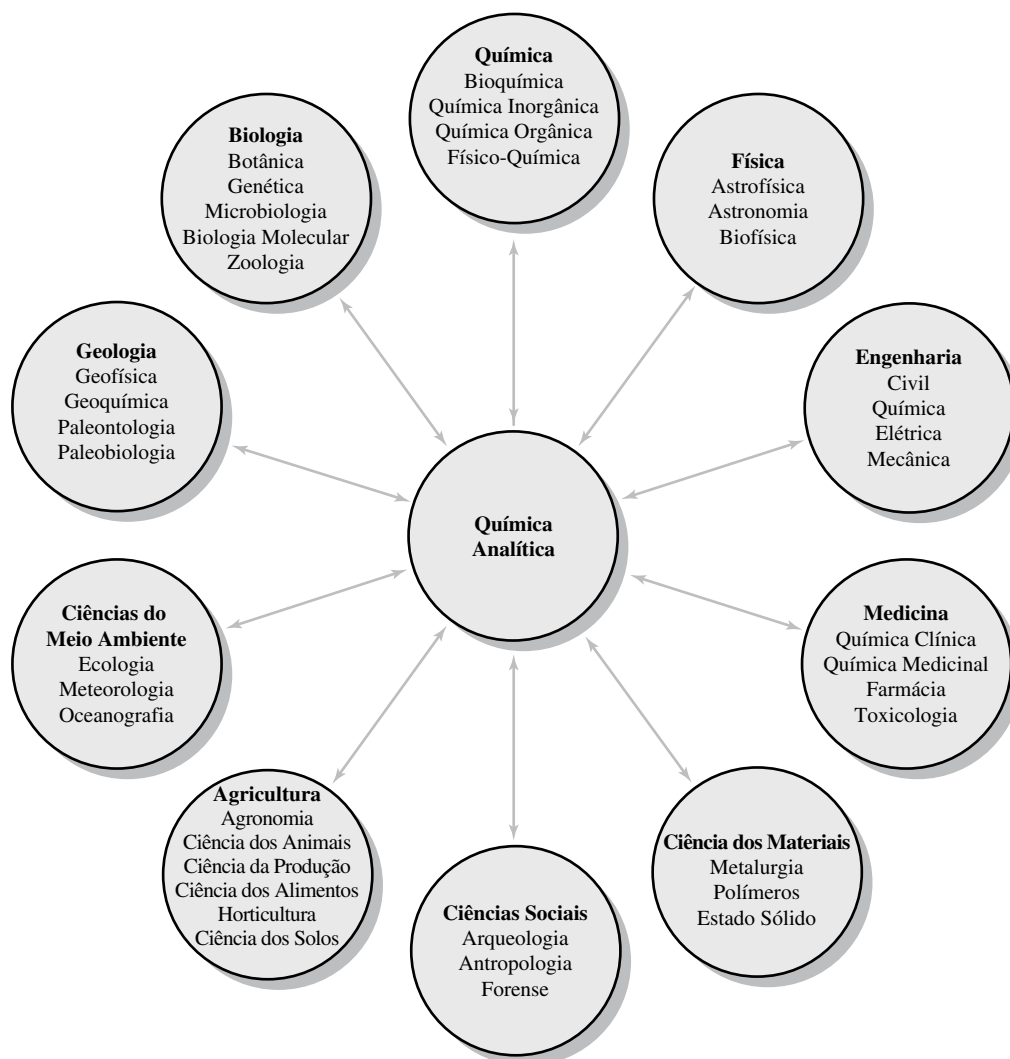
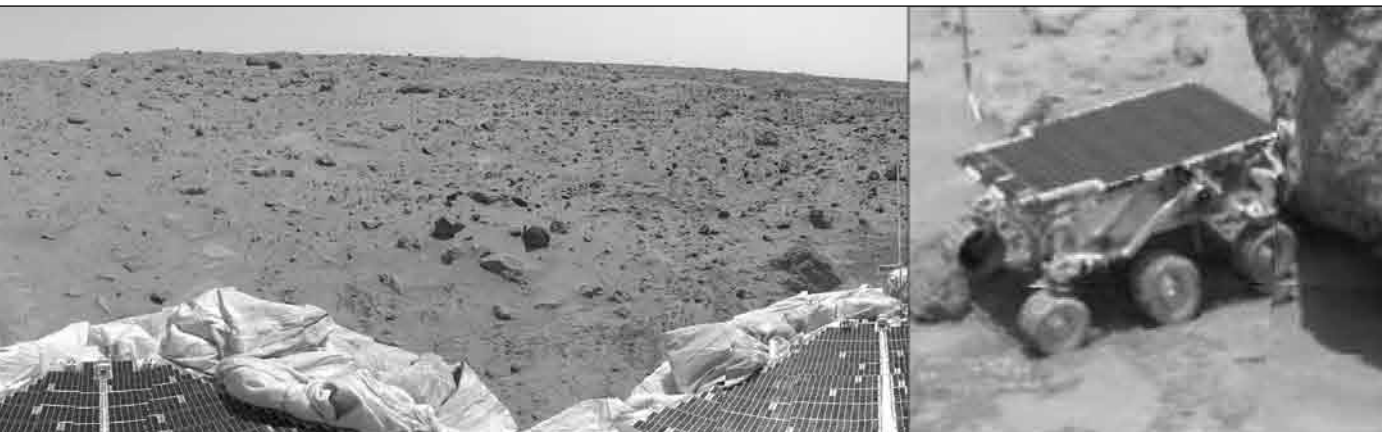



Figura 1-1 Relações entre a química analítica, outras áreas da química e outras ciências. A localização central da química analítica no diagrama representa sua importância e a abrangência de sua interação com muitas outras disciplinas.

Solo de Marte. Cortesia da NASA

1B MÉTODOS ANALÍTICOS QUANTITATIVOS

Calculamos os resultados de uma análise quantitativa típica, a partir de duas medidas. Uma delas é a massa ou o volume de uma amostra que está sendo analisada. A outra é a medida de alguma grandeza que é proporcional à quantidade do analito presente na amostra, como massa, volume, intensidade de luz ou carga elétrica. Geralmente essa segunda medida completa a análise, e classificamos os métodos analíticos de acordo com a natureza dessa medida final. Os **métodos gravimétricos** determinam a massa do analito ou de algum composto quimicamente a ele relacionado. Em um **método volumétrico**, mede-se o volume da solução contendo reagente em quantidade suficiente para reagir com todo analito presente. Os **métodos eletroanalíticos** envolvem a medida de alguma propriedade elétrica, como o potencial, corrente, resistência e quantidade de carga elétrica. Os **métodos espectroscópicos** baseiam-se na medida da interação entre a radiação eletromagnética e os átomos ou as moléculas do analito, ou ainda a produção de radiação pelo analito. Finalmente, um grupo de métodos variados inclui a medida de grandezas, como razão massa-carga de moléculas por espectrometria de massas, velocidade de decaimento radiativo, calor de reação, condutividade térmica de amostras, atividade óptica e índice de refração.

1C UMA ANÁLISE QUANTITATIVA TÍPICA

Uma análise quantitativa típica envolve uma seqüência de etapas, mostrada no fluxograma da Figura 1-2. Em alguns casos, uma ou mais dessas etapas podem ser omitidas. Por exemplo, se a amostra for líquida, podemos evitar a etapa de dissolução. Os primeiros 29 capítulos deste livro focalizam as três últimas etapas descritas na Figura 1-2.

Na etapa de determinação, medimos uma das propriedades mencionadas na Seção 1B. Na etapa de cálculo, encontramos a quantidade relativa do analito presente nas amostras. Na etapa final, avaliamos a qualidade dos resultados e estimamos sua confiabilidade.

Nos parágrafos que seguem, você vai encontrar uma breve visão geral sobre cada uma das nove etapas mostradas na Figura 1-2. Então, apresentaremos um estudo de caso para ilustrar essas etapas na resolução de um importante problema analítico prático. Os detalhes do estudo de caso prenunciam muitos dos métodos e idéias que você vai explorar em seus estudos envolvendo a química analítica.

1C-1 A Escolha do Método

A primeira etapa essencial de uma análise quantitativa é a seleção do método, como mostrado na Figura 1-2. Algumas vezes a escolha é difícil e requer experiência, assim como intuição. Uma das primeiras questões a ser considerada no processo de seleção é o nível de exatidão requerido. Infelizmente, a alta confiabilidade quase sempre requer grande investimento de tempo. Geralmente, o método selecionado representa um compromisso entre a exatidão requerida e o tempo e recursos disponíveis para a análise.

Uma segunda consideração relacionada com o fator econômico é o número de amostras que serão analisadas. Se existem muitas amostras, podemos nos dar o direito de gastar um tempo considerável em operações preliminares, como montando e calibrando instrumentos e equipamentos e preparando soluções-padrão. Se temos apenas uma única amostra, ou algumas poucas amostras, pode ser mais apropriado selecionar um procedimento que dispense ou minimize as etapas preliminares.

Finalmente, a complexidade e o número de componentes presentes da amostra sempre influenciam, de certa forma, a escolha do método.

1C-2 Obtenção da Amostra

Como ilustrado na Figura 1-2, a próxima etapa em uma análise quantitativa é a obtenção da amostra. Para gerar informações representativas, uma análise precisa ser realizada com uma amostra que tem a mesma composição do material do qual ela foi tomada. Quando o material é amplo e **heterogêneo**, grande esforço

FUNDAMENTOS DE Química Analítica

Tradução da 8ª edição norte-americana

Este livro aborda aspectos tanto fundamentais quanto práticos da análise química. Seu maior objetivo é fornecer um fundamento completo dos princípios da química que são particularmente importantes para a química analítica, a fim de que os alunos desenvolvam habilidades para a difícil tarefa de julgar a exatidão e a precisão de dados experimentais e de mostrar como esses julgamentos podem ser aprimorados pela aplicação de métodos estatísticos.

Assim, atentos à evolução contínua da química analítica, os autores incluíram nesta edição diversas aplicações em biologia, medicina, ciência dos materiais, ecologia, ciência forense e outras áreas correlatas. Há, ainda, inúmeros tópicos atuais, tais como espectrometria de absorção atômica e de massa molecular, fracionamento em fluxo tangencial e cromatografia quiral, além de uma revisão de muitos tratamentos do passado para incorporar instrumentação e técnicas modernas.

Aplicações

Destina-se à formação profissional e aos profissionais das áreas de Química, Engenharia Química, Engenharia de Alimentos, Bioquímica, Ciência dos Materiais e demais cursos que requerem formação sólida e abrangente em Química Analítica Clássica e Instrumental Básica.

ISBN 85-221-0436-0
9788522104369